



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 535 290 B1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift: **30.11.94** (51) Int. Cl.<sup>5</sup>: **C11C 3/04, B01J 31/12**

(21) Anmeldenummer: **91890198.4**

(22) Anmeldetag: **02.09.91**

(54) Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Fettsäureestern.

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**07.04.93 Patentblatt 93/14**

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die  
Patenterteilung:  
**30.11.94 Patentblatt 94/48**

(94) Benannte Vertragsstaaten:  
**CH DE ES FR GB GR IT LI NL SE**

(56) Entgegenhaltungen:  
**EP-A- 0 127 104**  
**EP-A- 0 283 379**  
**DE-A- 3 446 720**  
**US-A- 2 383 633**

**WORLD PATENTS INDEX Section Ch, Week**  
**7623, 1976 Derwent Publications Ltd.,**

**London, GB; Class D, AN 76-43194X**

**JOURNAL OF THE AMERICAN OIL CHEMISTS'**  
**SOCIETY Bd. 61, Nr. 10, 1984, Seiten 1593-**  
**1597; G.R. PETERSON AND W.P. SCARRAH:**  
**'RAPESEED OIL TRANSESTERIFICATION BY-**  
**HETEROGENEOUS CATALYSTS'**

**WORLD PATENTS INDEX LATEST Section Ch,**  
**Week 8720, 1987 Derwent Publications Ltd.,**

**London, GB; Class A, AN 87-140925**

**FAT SCIENCE TECHNOLOGY Bd. 90, Nr. 1,**  
**1988, Seiten 28 - 32; H. STAGE: 'PRINCIPLE OF**  
**THE NEW ATT-PROCESS FOR CONVERTING**  
**VEGETABLE OILS TO DIESELFUELS'**

(73) Patentinhaber: **Primavesi, Markus**  
**Frauensteingasse 19**  
**A-2340 Mödling (AT)**

Patentinhaber: **Primavesi, Paul**  
**Dannebergplatz 16a**  
**A-1030 Wien (AT)**

(72) Erfinder: **Kiehtreiber, Werner**  
**Gablengasse 82-86/7/6**  
**A-1160 Wien (AT)**

(74) Vertreter: **Haffner, Thomas M., Dr. et al**  
**Patentanwaltskanzlei**  
**Dipl.-Ing. Adolf Kretschmer**  
**Dr. Thomas M. Haffner**  
**Schottengasse 3a**  
**A-1014 Wien (AT)**

**EP 0 535 290 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Fettsäureestern aus pflanzlichen und tierischen Ölen oder Fetten durch Umesterung mit einwertigen niedrigen Alkoholen unter Verwendung von Metallalkoholaten als Umesterungskatalysator, worauf Glycerin abgetrennt und das Produkt gereinigt wird, sowie auf eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

Aus der AT-PS 386 222 ist bereits ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung eines als Kraft- bzw. Brennstoff geeigneten Fettsäureestergemisches aus verschiedenen pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen bekannt geworden. Prinzipiell erfolgt bei dem vorbekannten Verfahren eine Umesterung bzw. Alkoholyse, bei welchem niedere aliphatische Alkohole, bevorzugt Methanol, mit den genannten Ölen oder Fetten umgesetzt werden. Als Beispiel für Fette bzw. Öle, wie sie mit dem vorbekannten Verfahren umgesetzt werden können wurden Rapsöl, Sonnenblumenöl, Sojaöl, Maisöl, Baumwollöl, Mandelöl, Erdnußöl, Palmöl, Kokosöl, Leinsaatöl, Rhizinusöl, Schmalz, Talg, Fischöle, Waltran, Lipide von Meeres- und Landtieren und pflanzliche Lipide genannt.

Die Umsetzung erfolgt bei dem Verfahren gemäß der AT-PS 386 222 unter basischer Katalyse und es wurde im konkreten eine bestimmte Mindestmenge an Kalilauge verlangt, um mit geringerem Alkoholüberschuß arbeiten zu können. Neben der Verwendung derartiger alkalischer Umesterungskatalysatoren sind in der AT-PS 386 222 weitere Umesterungskatalysatoren und im besonderen Metallalkoholate, -hydride, -carbonate, -azetate oder verschiedenen Säuren als bekannte Umesterungskatalysatoren genannt.

In der AT-PS 386 222 wird im übrigen die Auffassung vertreten, daß das vorbekannte Verfahren sich auch für die kontinuierliche Herstellung derartiger Fettsäureestergemische eignet, jedoch ist da die Umesterung unter den bekannten Bedingungen nicht in kürzerer Zeit als etwa ein bis zwei Stunden ablaufen kann, das beschriebene Verfahren für einen kontinuierlichen Betrieb nicht geeignet. Ein wesentlicher geschwindigkeitsbestimmender Schritt bei der bekannten Umesterung ist hierbei in der Tatsache zu suchen, daß aufgrund der verwendeten Kalilauge relativ hohe Wassermengen im Reaktionsgemisch enthalten sind.

Die Erfindung zielt nun darauf ab, ein Verfahren der eingangs genannten Art dahingehend weiterzubilden, daß ein problemloser, kontinuierlicher Betrieb möglich wird und eine raschere Umsetzung gelingt. Da die Umsetzung bei Temperaturen nahe dem Siedepunkt des verwendeten Alkohols für die Umesterung durchgeführt wird soll durch diese raschere Umsetzung gleichzeitig eine wesentliche Einsparung an Energie gewährleistet werden.

Zur Lösung dieser Aufgabe besteht das erfindungsgemäße Verfahren im wesentlichen darin, daß als Umesterungskatalysator ein Gemisch aus Alkalioxiden und/oder Erdalkalioxiden und Alkalialkoholaten und/oder Erdalkalialkoholaten eingesetzt wird. Dadurch, daß als Umesterungskatalysatoren Alkali- bzw. Erdalkalioxide eingesetzt werden, wird sichergestellt, daß die sowohl mit dem Methanol als auch mit dem eingesetzten pflanzlichen oder tierischen Ölen, insbesondere dann, wenn es sich um Abfallöle oder Fette handelt, eingetragene Wassermenge rasch und zuverlässig abgebunden wird und den Umesterungsprozeß nicht behindert. Die gleichzeitige Verwendung von derartigen Alkalioxiden bzw. Erdalkalioxiden mit Alkalialkoholaten und/oder Erdalkalialkoholaten hat einen wirkungsvollen Katalysator ergeben, mit welchem Umsetzungszeiten von unter 5 min ohne weiteres realisiert werden können, wodurch die Möglichkeit geschaffen wird, mit konstruktiv kleinbauenden Durchflußreaktoren das Auslangen zu finden. Die konstruktive Verkleinerung derartiger Durchflußreaktoren führt wiederum dazu, daß der Aufwand für die Aufrechterhaltung der Umsetzungstemperatur wesentlich herabgesetzt werden kann und insbesondere die bei großen Reaktoren notwendigerweise gegebenen Abstrahlverluste des Reaktors selbst ohne aufwendige Isoliermaßnahmen eliminiert werden. Insgesamt ergibt sich dadurch eine energetische Einsparung und durch den Umstand, daß aufgrund des gewählten Umesterungskatalysators mit entsprechend kurzen Reaktionszeiten gearbeitet werden kann, läßt sich mit kleinbauenden und leichter zu isolierenden Anlagen eine hohe Durchsatzmenge und damit ein kontinuierlicher Betrieb problemlos verwirklichen.

Gemäß einer bevorzugten Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird so vorgegangen, daß die Umesterung in einem Durchflußreaktor vorgenommen wird, daß gebildetes Glycerin anschließend in einer Durchlaufzentrifuge gemeinsam mit ggf. gebildeten Seifen abgetrennt werden und daß anschließend Schwebstoffe aus dem Produkt durch Filtern abgetrennt werden. Die Verwendung einer Durchlaufzentrifuge ermöglicht eine rasche und sichere Abtrennung von Umsetzungsprodukten, welche aus dem Endprodukt entfernt werden sollen, da die gebildeten Fettsäureestergemische in der Regel ein wesentlich geringeres spezifisches Gewicht aufweisen als die übrigen Produkte der Umesterung. Die Verwendung einer Durchlaufzentrifuge erlaubt hierbei die Verarbeitung großer Durchflußmengen, wodurch kontinuierlich auch größere Durchflußmengen des vorangehenden Durchflußreaktors mühelos aufgetrennt werden können. Schließlich gelingt es mit einer einfachen Filterung gegebenenfalls noch enthaltene Schwebstoffe, insbesondere Teile

des Katalysatorgemisches, aus dem Endprodukt sicher abzutrennen. Eine derartige Filterung eliminiert auch feste Schwebstoffe, wie sie mit den Einsatzmaterialien eingetragen werden und das erfindungsgemäße kontinuierliche Verfahren eignet sich daher auch für weitgehend ungereinigte Ausgangsmaterialien bzw. Abfallöle oder -fette.

- 5 Besonders kurze Umesterungszeiten werden dann erreicht, wenn, wie es einer bevorzugten Ausbildung entspricht, als Umesterungskatalysator 0,5 bis 5 Gew.%, vorzugsweise 1 bis 2 Gew.%, Alkali- und/oder Erdalkalioxide bezogen auf das eingesetzte Öl oder Fett eingesetzt werden, wobei vorzugsweise Alkali- und/oder Erdalkalialkoholate in einer Menge von 5 bis 30 Gew.% der Oxide eingesetzt werden. Mit derartigen Umesterungskatalysatoren konnten Reaktionszeiten verwirklicht werden, bei welchen bereits  
10 innerhalb von 30 sek eine vollständige Umesterung erzielt werden konnte.

- Bevorzugt wird die Umesterung bei einer Temperatur von 65 bis 75 °C vorgenommen. Bedingt durch die kleinbauenden und daher auch entsprechend druckfest ausgebildeten Durchflußreaktoren, wie sie im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens Verwendung finden können, ist es aber besonders vorteilhaft, die Umesterung bei überatmosphärischen Druck vorzunehmen. Durch eine derartige Maßnahme wird zum  
15 einen die Möglichkeit geschaffen, die Reaktionstemperatur zu erhöhen und damit die Umsetzungszeit weiter zu verkürzen, zum anderen bietet ein Arbeiten unter überatmosphärischen Druck während der Umesterung die Möglichkeit, nach einem Ausschleusen in die nachfolgende Durchlaufzentrifuge unmittelbar eine Rekuperation des überschüssigen eingesetzten niederen Alkoholes zu erzielen, welcher bei Druckabfall spontan verdampft und dem Mischer bzw. dem Durchflußreaktor in einfacher Weise rückgeführt werden  
20 kann. Eine erfindungsgemäß besonders bevorzugte Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens ist hiebei im wesentlichen gekennzeichnet durch einen rohrförmigen Durchflußreaktor, eine an den Durchflußreaktor angeschlossene Durchlaufzentrifuge und eine Filteranlage, wodurch sich die oben bereits ausführlich dargestellten Vorteile in bezug auf die Energiebilanz und den geringen Platzbedarf einer Anlage für große Durchsatzmengen ergeben. In besonders einfacher Weise kann die Ausbildung hiebei so getroffen werden,  
25 daß der Durchflußreaktor eine Eintrags- und eine Austragsdruckschleuse aufweist, wodurch die oben bereits erwähnte Umesterung unter Anwendung eines überatmosphärischen Druckes ohne weiteres durchgeführt werden kann, wobei schließlich die Rückführung der von nach dem Verlassen des Durchflußreaktors durch Druckminderung spontan evaporierendem Alkohol in besonders einfacher Weise dann gelingt, wenn die Ausbildung der Vorrichtung so getroffen ist, daß vor der Durchlaufzentrifuge ein Rekuperator angeschlossen  
30 ist, von welchem ausgehend eine Leitung zur Eintragschleuse des Durchflußreaktors bzw. einem vorgeschalteten Mischer geführt ist.

Die Erfindung wird nachfolgend anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert. In der Figur ist schematisch eine Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens gezeigt.

- 35 Eine derartige Vorrichtung besteht aus einem Mischer bzw. einer Pumpe 1, in welchen Leitungen 2, 3 und 4 für die Zufuhr der Reaktanten münden. Die Leitung 2 wird hiebei als Zuführungsleitung für das umzusetzende Einsatzmaterial, nämlich pflanzliche oder tierische Öle sowie gegebenenfalls auch Abfallöle bezeichnet. Über Leitung 3 wird das erforderliche Gemisch der Umesterungskatalysatoren, nämlich Alkali- bzw. Erdalkalioxide und Alkali- bzw. Erdalkalialkoholate in einem vorgegebenen Mischungsverhältnis als  
40 Lösung bzw. Suspension in einem einwertigen Alkohol dem Mischer 1 zugeführt. Über Leitung 4 wird schließlich der für die Umesterung erforderliche niedrige einwertige Alkohol, wie beispielsweise Ethanol oder Methanol eingebracht. Das Gemisch aus Öl, Katalysator und niedrigem, einwertigen Alkohol wird über Leitung 5 einer Druckschleuse 6 eines Durchflußreaktors 7 zugeführt. Der Durchflußreaktor 7 ist hiebei druckfest ausgebildet und wird über eine in dem Mantel des Reaktors vorgesehene, indirekte Beheizung  
45 erwärmt. Über eine weitere Druckschleuse 8 wird das erhaltene Fettsäureestergemisch samt Nebenprodukten und nicht umgesetzten Katalysatoren bzw. niedrige Alkohole über einen Abscheider 9 einer Durchlaufzentrifuge 10 zugeführt. Durch die Druckverringerung des Reaktionsgemisches nach dem Verlassen der zweiten Druckschleuse 8 verdampft überschüssiger einwertiger Alkohol und wird über eine Leitung 11 einem Rekuperator 12 zugeführt. In dem Rekuperator 12 wird der Alkohol wiederum kondensiert und über  
50 Leitung 13 der Zuführungsleitung 4 wiederum rückgeführt.

- Die weiteren aus dem Durchflußreaktor 7 ausgetragenen Produkte werden in der Durchlaufzentrifuge aufgrund ihres deutlich unterschiedlichen spezifischen Gewichtes getrennt und es wird aus der Durchlaufzentrifuge 10 über Leitung 14 durch Abtrennung das von Nebenprodukten der Reaktion gereinigte Fettsäureestergemisch ausgetragen und einer Filteranlage 15 zugeführt. In der Filteranlage 15 werden  
55 gegebenenfalls noch dem Fettsäureestergemisch enthaltene Schwebstoffe, welche entweder direkt aus dem Einsatzmaterial stammen können oder welche Teile des nicht umgesetzten und in der Zentrifuge nicht abgetrennten Katalysators darstellen können, abfiltriert und über Leitung 16 aus der Filteranlage ausgetragen. Das gereinigte Endprodukt wird über Leitung 17 aus der Filteranlage ausgetragen und ist unmittelbar

als Kraft- bzw. Brennstoff geeignet.

Die in der Durchlaufzentrifuge abgeschiedenen Nebenprodukte wie Glycerin oder gegebenenfalls gebildete Seifen werden aus der Durchlaufzentrifuge 10 über Leitung 18 abgetrennt und aus dem System entfernt.

- 5 Das erfindungsgemäße Verfahren wird nachfolgend anhand eines Laborversuches näher erläutert:  
In einem 1l-Tropftrichter werden 600 g unraffiniertes Rapsöl vorgelegt und mit 85 g Methanol, in dem 19 g Calciumoxid suspendiert und danach 0,9 g Na-Metall gelöst wurden, versetzt. Diese Mischung läßt man über eine Silikonschlauchleitung durch die Glasrohrschlange eines Durchflußreaktors bzw. eines Schlangenkühlers rinnen. Der Reaktor bzw. Kühler selbst wird mit Wasser mit einer Vorlauftemperatur von 72 °C  
10 mittels eines Umwälzthermostats auf Reaktionstemperatur gehalten. Die Durchflußgeschwindigkeit des Reaktionsgemisches wird so gewählt, daß eine Verweilzeit von ca. 40 s in der temperierten Glasrohrschlange gewährleistet ist. Das aus der Glasrohrschlange abgeführte Reaktionsprodukt wird unmittelbar in Zentrifugengläser abgefüllt und ca. 2 Minuten bei 3000 U/Min abzentrifugiert, das überstehende Methylestergemisch wird abdekantiert und über eine Filternutsche mit einem Glasfaserfilter vakuumfiltriert. Der auf  
15 diese Weise erhaltene Rapsölmethylester ergab folgende Analysenwerte:

Dichte bei 20 °C	0.882 g/cm <sup>3</sup>
Viskosität bei 20 °C	8,16 mPa.s 9,25 mm <sup>2</sup> /s
Flammpunkt	160 °C
Cloud Point	-9 °C
fester Bodensatz	-11 °C
Pour Point	-18 °C.

## Patentansprüche

- 30 1. Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Fettsäureestern aus pflanzlichen und tierischen Ölen oder Fetten durch Umesterung mit einwertigen niedrigen Alkoholen unter Verwendung von Metallalkoholaten als Umesterungskatalysator, worauf Glycerin abgetrennt und das Produkt gereinigt wird, dadurch gekennzeichnet, daß als Umesterungskatalysator ein Gemisch aus Alkalioxiden und/oder Erdalkalioxiden und Alkalialkoholaten und/oder Erdalkalialkoholaten eingesetzt wird.
- 35 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umesterung in einem Durchflußreaktor (7) vorgenommen wird, daß gebildetes Glycerin anschließend in einer Durchlaufzentrifuge (10) gemeinsam mit ggf. gebildeten Seifen abgetrennt werden und daß anschließend Schwebestoffe aus dem Produkt durch Filtern abgetrennt werden.
- 40 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß 0,5 bis 5 Gew.%, vorzugsweise 1 bis 2 Gew.%, Alkali und/oder Erdalkalioxide bezogen auf das eingesetzte Öl oder Fett eingesetzt werden.
- 45 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß Alkali- und/oder Erdalkalialkoholate in einer Menge von 5 bis 30 Gew.% der Oxide eingesetzt werden.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Umesterung bei einer Temperatur von 65 bis 75 °C vorgenommen wird.
- 50 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Umesterung bei überatmosphärischem Druck vorgenommen wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Verweilzeit der Reaktanten im Durchflußreaktor (7) kleiner 3 min, vorzugsweise 30 bis 60 sec, gewählt wird.
- 55 8. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 7, gekennzeichnet durch einen rohrförmigen Durchflußreaktor (7), eine an den Durchflußreaktor angeschlossene Durchlaufzentrifuge (10) und eine Filteranlage (15).

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchflußreaktor (7) eine Eintrags- (6) und eine Austragsdruckschleuse (8) aufweist.
10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß vor der Durchlaufzentrifuge (10) ein  
5     Rekuperator (12) angeschlossen ist, von welchem ausgehend eine Leitung (13) zur Eintragungsschleuse  
des Durchflußreaktors (7) bzw. einem vorgeschalteten Mischer (1) geführt ist.

#### Claims

- 10   1. Process for the continuous production of fatty acid esters from plant and animal oils or fats by transesterification with monohydric lower alcohols using metal alkoxides as transesterification catalyst, whereupon glycerol is separated off and the product is purified, characterized in that the transesterification catalyst used is a mixture of alkali metal oxides and/or alkaline earth metal oxides and alkali metal alkoxides and/or alkaline earth metal alkoxides.
- 15   2. Process according to Claim 1, characterized in that the transesterification is carried out in a flow-through reactor (7), that the glycerol formed is subsequently separated off in a through centrifuge (10) together with any soaps formed, and that suspended materials are subsequently separated off from the product by filtration.
- 20   3. Process according to Claim 1 or 2, characterized in that from 0.5 to 5 % by weight, preferably from 1 to 2 % by weight, of alkali metal oxides and/or alkaline earth metal oxides, based on the oil or fat used, are used.
- 25   4. Process according to one of Claims 1, 2 and 3, characterized in that alkali metal alkoxides and/or alkaline earth metal alkoxides are used in an amount of from 5 to 30 % by weight of the oxides.
5. Process according to one of Claims 1 to 4, characterized in that the transesterification is carried out at a temperature of from 65 to 75 °C.
- 30   6. Process according to one of Claims 1 to 5, characterized in that the transesterification is carried out at superatmospheric pressure.
7. Process according to one of Claims 1 to 6, characterized in that the residence time of the reactants in  
35     the flow-through reactor (7) is selected as less than 3 minutes, preferably from 30 to 60 seconds.
8. Apparatus for carrying out the process according to one of Claims 1 to 7, characterized by a tubular flow-through reactor (7), a through centrifuge (10) connected to the flow-through reactor, and a filtration unit (15).
- 40   9. Apparatus according to Claim 8, characterized in that the flow-through reactor (7) has an input pressure lock (6) and a discharge pressure lock (8).
10. Apparatus according to Claim 8 or 9, characterized in that upstream of the through centrifuge (10) there  
45     is connected a recuperator (12) from which a line (13) leads to the input lock of the flow-through reactor (7) or a mixer (1) connected upstream.

#### Revendications

- 50   1. Procédé de production en continu d'esters d'acides gras à partir d'huiles ou de graisses végétales et animales par réaction avec des monoalcools inférieurs, avec utilisation d'alcoolates de métaux comme catalyseurs de transestérification, procédé selon lequel on sépare le glycérol et l'on purifie le produit, procédé caractérisé en ce qu'on utilise comme catalyseur de transestérification un mélange d'oxydes alcalins et/ou d'oxydes alcalino terreux et d'alcoolates alcalins et/ou d'alcoolates alcalino terreux.
- 55   2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on effectue la transestérification dans un réacteur (7) traversé [par le mélange réactionnel], en ce qu'on sépare ensuite, dans une centrifugeuse (10) traversée [par le mélange], le glycérol formé, ensemble avec des savons éventuellement formés,

et en ce qu'on sépare ensuite, par filtration du produit, les matières en suspension.

- 5
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on utilise 0,5 à 5 % en poids, avantageusement 1 à 2 % en poids d'oxydes alcalins et/ou alcalino terreux, par rapport à l'huile ou à la matière grasse mise en oeuvre.
- 10
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1, 2 ou 3, caractérisé en ce qu'on utilise les alcoolates alcalins et/ou alcalino terreux en une quantité de 5 à 30 % du poids des oxydes.
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on effectue la transestérification à une température de 65 à 75 °C.
- 15
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on effectue la transestérification sous une pression supérieure à la pression atmosphérique.
7. Procédé selon une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'on choisit, pour les corps destinés à réagir dans le réacteur (7) traversé (par le mélange réactionnel), un temps de séjour inférieur à 3 minutes, avantageusement un temps de séjour de 30 à 60 secondes.
- 20
8. Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce qu'elle comporte un réacteur tubulaire (7) traversé (par le mélange réactionnel), une centrifugeuse (10) qui fait suite au réacteur et est traversée (par le mélange réactionnel) et une installation de filtration (15).
- 25
9. Installation selon la revendication 8, caractérisée en ce que le réacteur (7), traversé par le mélange réactionnel, présente un sas de pression (6) d'entrée et un sas de pression (8) de sortie.
- 30
10. Installation selon la revendication 8 ou 9, caractérisée en ce qu'en amont de la centrifugeuse (10) traversée par le mélange réactionnel, il y a un récupérateur (12), d'où part un conduit (13) menant vers le sas de pression d'entrée du réacteur (7), traversé par le mélange réactionnel, ou menant vers un mélangeur (1) monté en amont.

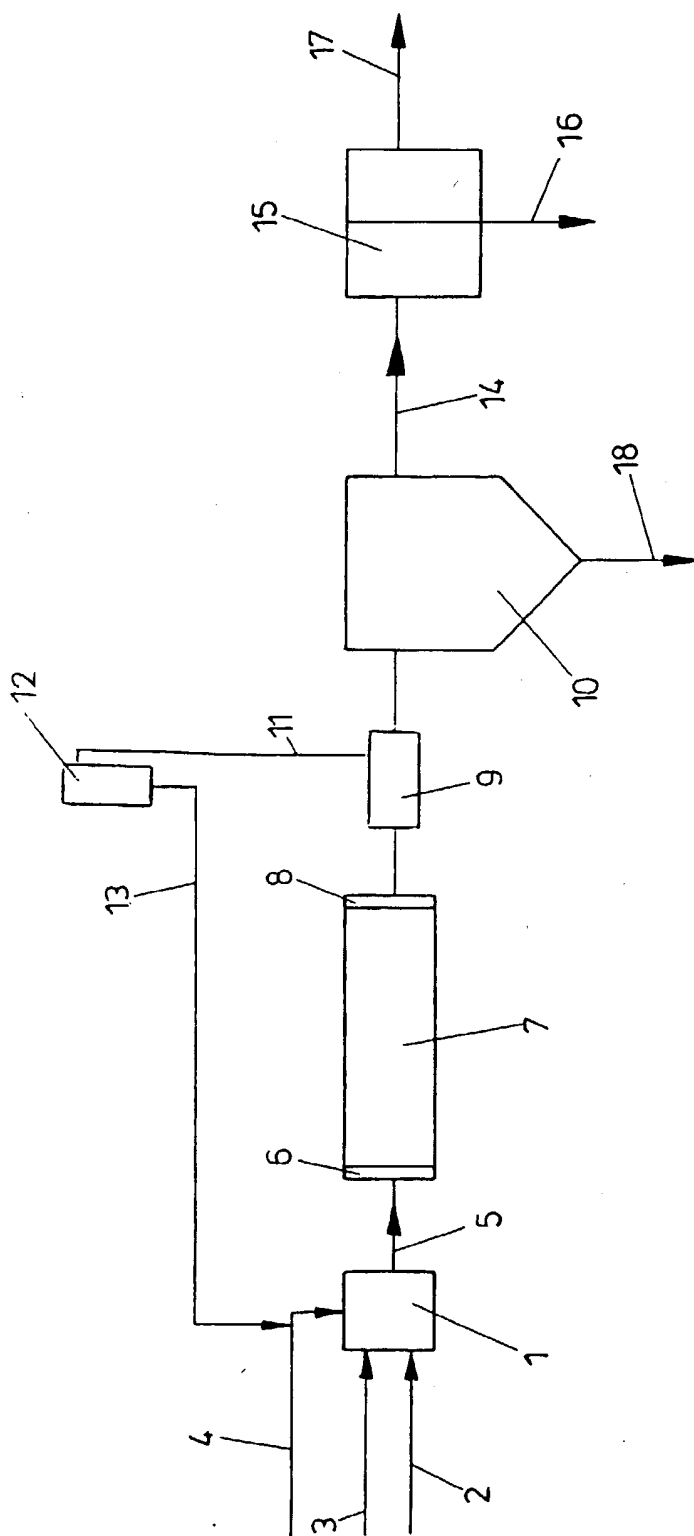
35

40

45

50

55



DERWENT- 1992-007847  
ACC-NO:

DERWENT- 199817  
WEEK:

COPYRIGHT 2004 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Continuous prodn. of fatty acid ester(s) from fats and oils  
- by transesterification with low mono:hydric alcohol using  
mixt. of gp=I or gp=II oxide and their alcoholate as  
catalyst

INVENTOR: KIEHTREIBER, W

PATENT- EVVA-SCHMIERMITTEL FAB GMBH NFG KG[EVVAN] , PRIMAVESI  
ASSIGNEE: M[PRIMI] , PRIMAVESI P[PRIMI]

PRIORITY- 1990AT-0001064 (May 14, 1990) , 1991DE-0503713 (September  
DATA: 2, 1991) , 1991EP-0890198 (September 2, 1991)

**PATENT-FAMILY:**

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
AT 9001064 A	December 15, 1991	N/A	000	N/A
DE 59103713 G	January 12, 1995	N/A	000	C11C 003/04
<u>EP 535290 A1</u>	April 7, 1993	G	008	C11C 003/04
<u>EP 535290 B1</u>	November 30, 1994	G	007	C11C 003/04
ES 2065666 T3	February 16, 1995	N/A	000	C11C 003/04

DESIGNATED- CH DE ES FR GB GR IT LI NL SE CH DE ES FR GB GR IT  
STATES: LI NL SE

CITED- 4.Jnl.Ref; DE 3446720 ; EP 127104 ; EP 283379 ; JP  
DOCUMENTS: 51014486 ; JP 62081334 ; US 283633 ; US 2383633

APPLICATION-DATA:



PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
AT 9001064A	N/A	1990AT-0001064	May 14, 1990
DE 59103713G	N/A	1991DE-0503713	September 2, 1991
DE 59103713G	N/A	1991EP-0890198	September 2, 1991
DE 59103713G	Based on	EP 535290	N/A
EP 535290A1	N/A	1991EP-0890198	September 2, 1991
EP 535290B1	N/A	1991EP-0890198	September 2, 1991
ES 2065666T3	N/A	1991EP-0890198	September 2, 1991
ES 2065666T3	Based on	EP 535290	N/A

INT-CL (IPC): B01J031/12, C11C003/04 , C11C003/10

ABSTRACTED-PUB-NO: AT 9001064A

#### BASIC-ABSTRACT:

Continuous process for prodn. of fatty acid esters from vegetable and animal oils and fats by transesterification with monohydric low alcohols, using a transesterification catalyst comprising a mixt. of alkali or alkaline earth alcoholates, followed by removal of glycerine and purification of the prod..

Pref. the transesterification is carried out in a throughflow reactor, the glycerine formed is subsequently removed in a throughflow centrifuge together with any soaps which have been formed, and finally suspended solid material is filtered off. Pref. 0.5-5 wt.%, esp. 1-2 wt.% alkali or alkaline earth oxide is used w.r.t. the oil or fat and 5-30 wt.% alkali or alkaline earth is used w.r.t. alkali or alkaline earth oxide. The transesterification is carried out at 65-75 deg. under superatmospheric pressure and with a residence time in the through flow reactor of less than 3 mins., esp. 30-60 sec..

USE/ADVANTAGE - The use of mixed alkali or alkaline earth oxide/alcoholate transesterification catalysts gives a more rapid and problem-free conversion than previous catalysts, thus giving a trouble-free continuous and energy-saving process for prodn. of fatty acid esters from raw materials such as rape oil, sunflower oil, soya oil, corn oil, cornseed oil, almond oil, groundnut oil, palm oil, coconut oil, linseed oil, castor oil, lard, tallow, fish oil, train oil, animal fats, etc.. (Based on EP535290; First major country equivalent to AT9001064)

**ABSTRACTED-PUB-NO:** EP 535290B

**EQUIVALENT-ABSTRACTS:**

Process for the continuous prodn. of fatty acid esters from plant and animal oils or fats by transesterification with monohydric lower alcohols using metal alkoxides as transesterification catalyst, whereupon glycerol is sepd. off and the product is purified, characterised in that the transesterification catalyst used is a mixt. of alkali metal oxides and/or alkaline earth metal oxides and alkali metal alkoxides and/or alkaline earth metal alkoxides.

**CHOSEN-DRAWING:** Dwg.0/1

**DERWENT-CLASS:** D23 E17

**CPI-CODES:** D10-B02; E10-G02A; E10-G02D; E10-G02E; N01-A; N01-B; N05-A;